

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-204230

(43)Date of publication of application : 25.07.2000

(51)Int.Cl. C08L 67/03  
C08K 7/24  
D01F 6/92

(21)Application number : 11-004896 (71)Applicant : TORAY IND INC

(22)Date of filing : 12.01.1999 (72)Inventor : ARANISHI YOSHITAKA  
HANDA NOBUYOSHI  
AMANO JIRO

(54) MOISTURE-ABSORBING/RELEASING POLYESTER COMPOSITION, SYNTHETIC FIBER MADE THEREFROM, AND PRODUCTION THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a polyester composition having high moisture absorbing/ releasing properties while maintaining excellent properties of polyester by mixing specified porous inorganic microparticles having a moisture absorbing/ releasing capacity with a polyester resin containing a high proportion of alkylene terephthalate repeating units in a specified ratio.  
SOLUTION: This composition comprises a polyester resin containing at least 80 mol% alkylene terephthalate repeating units and 5-20 wt.%, based on the polyester resin, porous inorganic microparticles having a mean particle diameter of 0.5-8  $\mu$ m (as measured on primary particles), a pore volume of at least 0.60 ml/g, and a moisture absorption parameter ( $\Delta$ MR1) and a moisture release parameter ( $\Delta$ MR2) each having a value of at least 10%. The porous inorganic microparticles used are desirably wet-process silica microparticles. When 0.1-100 wt.% hot-water-soluble polymer is used in contact with the porous inorganic microparticles, the resultant composition can exhibit markedly improved moisture absorption and release performances.

LEGAL STATUS [Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-204230

(P2000-204230A)

(43) 公開日 平成12年7月25日 (2000. 7. 25)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード (参考)
C 0 8 L 67/03		C 0 8 L 67/03	4 J 0 0 2
C 0 8 K 7/24		C 0 8 K 7/24	4 L 0 3 5
D 0 1 F 6/92	3 0 1	D 0 1 F 6/92	3 0 1 M

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-4896

(22) 出願日 平成11年1月12日 (1999. 1. 12)

(71) 出願人 000033158

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 荒西 義高

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島工場内

(72) 発明者 半田 信義

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島工場内

(72) 発明者 天野 総朗

静岡県三島市4845番地 東レ株式会社三島工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸放湿性ポリエステル組成物および該組成物を用いた合成繊維ならびにそれらの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 吸放湿性に優れるため、着用快適性を有する合成繊維用として特に好適な吸放湿性ポリエステル組成物を提供すること。

【解決手段】 平均粒径、比表面積、吸湿パラメータ ( $\Delta MR1$ )、放湿パラメータ ( $\Delta MR2$ ) が特定の範囲にある吸放湿性多孔質無機微粒子を、その80モル%以上がアルキレンテレフタレート繰り返し単位からなるポリエステル樹脂に対して5~20重量%含有せしめた吸放湿性ポリエステル組成物によって達成することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】一次粒子の平均粒径が0.5~8 $\mu$ mであり、細孔容積が0.60ml/g以上であって、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）および放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）の値の双方が10%以上である多孔質無機微粒子を、その80モル%以上がアルキレンテレフタレート繰り返し単位からなるポリエステル樹脂に対して、5~20重量%含有せしめた吸放湿性ポリエステル組成物。

【請求項2】多孔質無機微粒子が湿式シリカ微粒子であることを特徴とする請求項1記載の吸放湿性ポリエステル組成物。

【請求項3】多孔質無機微粒子と隣接して、多孔質無機微粒子に対して0.1~100重量%の熱水可溶ポリマーが存在することを特徴とする請求項1または2記載の吸放湿性を有するポリエステル組成物。

【請求項4】熱水可溶ポリマーが、100℃の熱水中にて1時間処理した時、その80重量%以上が溶解するものであることを特徴とする請求項3記載の吸放湿性ポリエステル組成物。

【請求項5】熱水可溶ポリマーが分子鎖内の一部または全部にポリアルキレングリコール繰り返し単位を有するものであることを特徴とする請求項3または4記載の吸放湿性ポリエステル組成物。

【請求項6】多孔質無機微粒子と隣接して、多孔質無機微粒子に対して0.1~100重量%の吸湿性ポリマーが存在することを特徴とする請求項1または2記載の吸放湿性ポリエステル組成物。

【請求項7】吸湿性ポリマーが、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）および放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）の値の双方が20%以上であり、熱可塑性を有するポリマーであることを特徴とする請求項6記載の吸放湿性ポリエステル組成物。

【請求項8】組成物の吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）および放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）の値の双方が2.0%以上であることを特徴とする請求項1~7のいずれか1項記載の吸放湿性ポリエステル組成物。

【請求項9】繊維全体の20~100重量%が請求項1~8のいずれか1項記載のポリエステル組成物よりなり、単糸デニールが0.5~10dであって、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）および放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）の双方が2.0%以上であることを特徴とする吸放湿性ポリエステル繊維。

【請求項10】80モル%以上がアルキレンテレフタレート繰り返し単位からなるポリエステルに対し、一次粒子の平均粒径が0.5~8 $\mu$ mであり、細孔容積が0.60ml/g以上であって、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）および放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）の値の双方が10%以上である多孔質無機微粒子を、ポリエステルのエステル化反応時、重縮合反応時、重縮合反応後溶融成形前のいずれかの段階において、5~20重量%混合せしめ、該組成物を270℃~300℃の温度で溶融させ、所望の形状に成形することを特徴とする吸放湿性ポリエステル組成物の製造方法。

【請求項11】多孔質無機微粒子と、多孔質無機微粒子の重量に対し0.1~100重量%の熱水可溶ポリマーとを、熱水可溶ポリマーが溶解可能な有機溶媒もしくは水中で攪拌混合した後、有機溶媒もしくは水を留出除去せしめて微粒子表面の前処理を行い、この前処理後の無機微粒子をポリエステルのエステル化反応時、重縮合反応時、重縮合反応後溶融成形前のいずれかの段階で混合せしめ、該組成物を270℃~300℃の温度で溶融させ、所望の形状に成形することを特徴とする吸放湿性ポリエステル組成物の製造方法。

【請求項12】多孔質無機微粒子と、多孔質無機微粒子の重量に対し0.1~100重量%の吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）および放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）の双方が20.0%以上である吸湿性ポリマーとを、溶融混練するか、もしくは吸湿性ポリマーが溶解可能な有機溶媒もしくは水中で攪拌混合した後、有機溶媒もしくは水を留出除去せしめることによって微粒子表面の前処理を行い、この前処理後の無機微粒子をポリエステルのエステル化反応時、重縮合反応時、重縮合反応後溶融成形前のいずれかの段階で混合せしめ、該組成物を270℃~300℃の温度で溶融させ、所望の形状に成形することを特徴とする吸放湿性ポリエステル組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は吸放湿性を有するポリエステル組成物に関する。より詳しくは、吸放湿性、耐熱性、耐候性等に優れるため、着用快適性を有する合成繊維用途や帯電防止性を有する樹脂用途等に特に好適なポリエステル組成物ならびに該組成物を用いたポリエステル繊維ならびにその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】ポリエチレンテレフタレートを始めとするいわゆるポリエステルは、強度や熱安定性、耐薬品性などに優れるため、繊維やフィルム、組成物などの用途に広く用いられている。しかし、ポリエチレンテレフタレートは本質的に疎水性であるため、きわめて吸放湿性に乏しく、衣服として用いられる場合には、高湿時において“むれ感”を生じたり、乾燥の低湿時には静電気を生じたりと、着用快適性においては好ましい素材とはいえない。また、樹脂やフィルムなどとして用いられる際にも低吸湿性のため帯電し、問題となることがある。

【0003】この欠点を解消するため、例えば特開昭48-8270号公報に提案されているように、側鎖にオキシアルキレングリコールを有するジオールの共重合、特開平2-26985号公報におけるスルホン酸金属塩含有ジカルボン酸の共重合など、吸湿性能を有する化合物をポリエステルに共重合する方法が提案されている。しかし吸湿成分を共重合することによってポリマー全体が改質されてしまい、耐候性が低下したり、優れた機械的特性というポリエステルの持つ本来の利点が失われてしまうという

大きな問題を抱えている。

【0004】また、特公昭59-17224号公報にみられるように、ポリエステル繊維にアクリル酸やメタアクリル酸をグラフト重合して、それらのカルボキシル基をアルカリ金属で置換することにより吸湿性を付与する方法が知られている。しかし、耐光性の低下、吸湿部分が組成物あるいは繊維表面に付着していることによるめめりの発生や経時的な強度低下の問題を有していることから、実用化には至っていない。

【0005】これらの問題を解決するため、繊維用途においては高い吸湿性を有する吸湿性樹脂を芯部とし、ポリエステルの鞘部で覆った芯鞘型複合繊維が特開平2-99612号公報、特開平4-361616号公報、特開平4-341617号公報、特開平9-132871号公報等に提案されている。しかしながら、これら芯鞘型複合繊維の場合、精練や染色などの熱水処理時に芯部の吸湿性樹脂が水を含んで大きく膨潤するため、繊維表面にひび割れ（鞘割れ）が発生し、吸湿性樹脂の外部への流出や、染色堅牢性の著しい悪化など希少品位が低下する欠点があった。この鞘割れを抑制する目的で、前もって熔融紡糸の段階から吸湿性の芯成分に隣接する中空部を設けておく方法が、特開平9-111579号公報また特開昭52-55721号公報により提案されているが、たとえ中空部を有する形状に繊維化した場合にも繊維に熱系加工や仮熱加工を施した場合には中空部の潰れが生じ、その後の熱水処理によって前述の場合と同じく吸湿ポリマーの膨潤に起因する鞘割れが生じてしまう欠点があった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、前記従来技術の問題点を克服して、ポリエステルの優れた特性を維持しながら、高い吸放湿特性を有する組成物および該組成物を用いた合成繊維を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】上述の課題は、一次粒子の平均粒径が $0.5 \sim 8 \mu\text{m}$ であり、細孔容積が $0.60 \text{ ml/g}$ 以上であって、吸湿パラメータ（ $\Delta \text{MR1}$ ）および放湿パラメータ（ $\Delta \text{MR2}$ ）の値の双方が10%以上である多孔質無機微粒子を、その80モル%以上がアルキレンテレフタレート繰り返し単位からなるポリエステル樹脂に対して、5～20重量%含有せしめた吸放湿性ポリエステル組成物を用いることによって解決が可能である。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の内容を具体的に説明する。

【0009】本発明において用いられる無機微粒子は樹脂組成物に吸放湿性を付与する役割を有しており、吸放湿性能の指標である吸湿パラメータ（ $\Delta \text{MR1}$ ）および放湿パラメータ（ $\Delta \text{MR2}$ ）の値の双方が10%以上であることが必要である。ここで吸湿パラメータ（ $\Delta \text{MR1}$ ）とは $20^\circ\text{C} \times 65\% \text{ R.H.}$ の標準状態で調湿安定化させた試料を $30^\circ\text{C} \times 90\% \text{ R.H.}$ の高湿状態に移して24時間後の重量増加量（g）を試料の絶乾重量（g）で除した値（%）を意味している。また放湿パラメータ（ $\Delta \text{MR2}$ ）は $20^\circ\text{C} \times 90\% \text{ R.H.}$ で調湿安定化された試料を $20^\circ\text{C} \times 65\% \text{ R.H.}$ の標準状態に移して24時間後の重量減少量（g）を試料の絶乾重量（g）で除した値（%）を意味している。ここで、絶乾重量とは、 $105^\circ\text{C}$ での真空乾燥を行い、重量変化が見られなくなるまで乾燥した試料の重量をいう。

【0010】一般に乾燥剤として用いられるシリカゲルは優れた吸湿能力を有するが放湿能力がほとんど無く、いったん吸着した水分は加熱しないかぎり放湿されない。そのため、 $\Delta \text{MR2}$ がほぼ0%となり本発明では用いられないものである。組成物に望ましい吸放湿能力を与えるためには $\Delta \text{MR1}$ および $\Delta \text{MR2}$ の値の双方が10%以上である必要があり、好ましくは双方が20%以上、より好ましくは双方が30%以上である。

【0011】本発明において用いられる無機微粒子の一次粒子の平均粒径は $0.5 \sim 8 \mu\text{m}$ である。 $0.5 \mu\text{m}$ より小さい場合には粒子内部における空隙量が不足となり、その結果、吸放湿性能が不十分となる。また、 $10 \mu\text{m}$ よりも大きな粒子は熔融成型時にフィルター圧力の急激な上昇を引き起こす原因となるばかりでなく、フィルムや繊維に成形する際、粗大粒子として振るまうのでフィルム破れや糸切れの原因となり好ましくない。より好ましい無機微粒子の平均粒径は $1 \sim 5 \mu\text{m}$ である。

【0012】本発明において用いられる無機微粒子はその細孔容積が $0.60 \text{ ml/g}$ 以上であることが必要である。この細孔容積が小さい場合には吸湿性能、放湿性能ともに不十分なものしかえられない。細孔容積は大きければ大きいほど好ましい。このような吸放湿特性を有する粒子としてはシリカ微粒子、特に湿式シリカとよばれる、粒子内部に空隙部を有する多孔性シリカ微粒子が好適に用い得る例として挙げることができる。

【0013】本発明におけるポリエステルは、優れた強度という観点から、その80モル%以上がアルキレンテレフタレート繰り返し単位からなるものであり、たとえばポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレートなどを好適な例として挙げることができる。なかでも、エチレンテレフタレートを主たる繰り返し単位とするポリエステル系重合体は、強度、耐候性が良好なことから、好ましく用いられるポリエステルポリマーである。

【0014】このエチレンテレフタレートを主たる繰り返し単位とするポリエステルは、本発明の目的を損なわない範囲で他の第3成分が共重合されていてもよい。例えば、テレフタル酸の代わりに用いられる化合物としては、イソフタル酸、2,5-ナフタレンジカルボン酸、ジフェニルジカルボン酸、アジピン酸、セバシン酸、1,4-シクロヘキサンジカルボン酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸、5-テトラブチルホスホニウムイソフタル酸等

の、芳香族、脂肪族、脂環族ジカルボン酸及びそれらの誘導体を挙げることが出来る。エチレングリコールの代わりに用いるジオール化合物としては、プロピレングリコール、テトラメチレングリコール、1,4-シクロヘキサジメタノール、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、ポリアルキレングリコール、ビスフェノールA、ビスフェノールSのような芳香族、脂肪族、脂環族のジオール化合物を挙げることができる。なお、これらのポリマーには必要に応じてたとえば艶消し剤、制電剤、消臭剤、微細孔形成剤等を含有せしめても良い。

【0015】また、ポリマー自体の吸湿性を向上させる目的から、5-ナトリウムスルホイソフタル酸を1~10モル%共重合したポリエステルポリマーやポリアルキレングリコールを1~10モル%共重合したポリエステルポリマーを用いることができる。これらの共重合比率は、十分な吸放湿性、強度という観点から、より好ましくは2~8モル%である。

【0016】本発明で用いられる無機微粒子の添加量は5~20重量%である。添加量が5%に満たないとポリエステル組成物の吸放湿性が不十分となり、また、20重量%以上となると組成物の溶融粘度が著しく高くなるため成形が困難となる。より好ましい添加量は5~15重量%である。

【0017】本発明で用いられる無機微粒子は、吸放湿性を有する外部表面および内部表面を有しているが、この無機微粒子をそのままポリエステルに含有させた状態では本来期待できる吸放湿性能の計算値よりも低い値しか得られない。これは外部表面がポリエステルポリマーで被覆されることにより計算値通りに吸放湿性能が発揮できない構造となったからであると考えられる。本発明者らは鋭意検討の結果、多孔質無機微粒子に隣接して、多孔質無機微粒子に対して0.1~100重量%の熱水可溶ポリマーが存在することを特徴とする構造とすることにより、格段に吸放湿性能が向上することを見いだした。

【0018】熱水可溶ポリマーとしては60℃以上の熱水浴中でその一部分が溶解するものであれば特段の制限はないが、100℃の熱水中にて1時間処理した時、その80重量%以上が溶解する物であることが、十分な熱水可溶性という観点からより望ましい。このような熱水可溶ポリマーの具体例としては、分子鎖内の一部または全部にポリアルキレングリコール繰り返し単位を有するものが挙げられる。分子鎖の全部がポリアルキレングリコール繰り返し単位からなるものは、その分子量によってポリアルキレングリコールもしくはポリエチレンオキサライドとよばれるが、これらいずれのタイプでも熱水可溶ポリマーとして用いることができる。また、ポリアルキレングリコール繰り返し単位が分子鎖の一部を構成しており、フタル酸やアジピン酸など二塩基酸との共重合ポリマーとされたポリマーなども好適な例として挙げることができる。この他にも、ポリビニルアルコール系熱水可

溶ポリマー、ポリビニルピロリドン系熱水可溶ポリマーなど既存のポリマーを用いることもできる。

【0019】これら熱水可溶ポリマーの添加方法としては、多孔質無機微粒子をブレンドする際、同時にポリエステルにブレンドする方法を採用しても良いし、いったん多孔質無機微粒子を熱水可溶ポリマーにて表面処理したものをあらためてポリエステルにブレンドする方法を採用しても良い。

【0020】熱水可溶ポリマーを多孔質無機微粒子に隣接して存在させることによる、ポリエステル組成物の吸放湿特性の向上に関しては、発段階ではその理由は明確ではないが、熱水可溶ポリマーの透湿性がポリエステルよりも高いために、多孔質無機微粒子表面における吸放湿を良好ならしめる効果を発現しているものと考えられる。また、さらにはポリエステル組成物を熱水処理することにより、本発明の熱水可溶ポリマーはその一部が溶脱するが、この溶脱によって吸放湿性能を有する多孔質無機微粒子表面が新たに生じることになり、総体としての吸放湿能力の増大に寄与する効果も有していると考えられる。

【0021】存在する熱水可溶ポリマーの量が多孔質無機微粒子に対し0.1重量%に満たない場合には熱水可溶ポリマー添加の効果が認められないが、100重量%を超える場合にはポリエステル組成物の強度および耐候性が低下する傾向にあるため望ましくない。より好ましくは多孔質無機微粒子に対して0.5~50重量%である。

【0022】また、多孔質無機微粒子に隣接して、吸湿性ポリマーが0.1~100重量%存在する場合にも、本発明の組成物は良好な吸放湿特性を示す。吸湿性ポリマーは一般的に非晶性であることから水分の多孔質無機微粒子表面における着脱が結晶性ポリマーであるポリエステルの場合に比べ格段に生じやすいことがその理由と考えられるが、もちろん吸湿性ポリマーの添加により組成物そのものの吸放湿特性が向上する効果もあると考えられる。存在する吸湿性ポリマーの量が多孔質無機微粒子に対し0.1重量%に満たない場合には吸湿性ポリマー添加の効果が認められないが、100重量%以上の場合にはポリエステル組成物の強度および耐候性が低下する傾向にあるため望ましくない。より好ましくは多孔質無機微粒子に対して10~80重量%である。

【0023】このような吸湿性ポリマーとしては、吸湿パラメータ ( $\Delta MR1$ ) および放湿パラメータ ( $\Delta MR2$ ) の値の双方が20%以上であり、熱可塑性を有するポリマーであることが望ましい。吸湿パラメータあるいは放湿パラメータが20%に満たないポリマーを用いた場合には若干組成物全体の吸放湿特性が劣る傾向にある。

【0024】用いる具体的な吸湿性ポリマーにはポリエーテルエステル系ポリマー、ポリエーテルエステルアミド系ポリマー、ポリビニルピロリドン系ポリマー、ポリエチレンオキサライド架橋物などの吸湿性を有するポリ

マーが挙げられるが、これらに制限されるわけではない。

【0025】また、本発明のポリエステル組成物を構成するポリエステル樹脂の固有粘度(IV)は0.35~0.8(dI/g)であることが好ましく、ポリエステル樹脂の結晶化度(X)は10~50(%)であることが好ましい。固有粘度(IV)が0.35(dI/g)より低い場合には成型物の脆性が高く使用に供する際にばりの発生や延伸性不良などの問題が生じる場合がある。また固有粘度(IV)が0.8(dI/g)よりも高い場合には無機微粒子を含有せしめたことによって、さらに高粘度となり、成形圧力が高くなるため好ましくない。また、結晶化度(X)が10%よりも低い場合には強度、熱安定性が不足となるので好ましくないが、50%より大きい場合には吸湿性能の低下につながるため望ましくない。より好ましくは20~40%の範囲に入ることがよい。

【0026】本発明の吸湿性を有するポリエステル組成物は繊維、フィルム、樹脂等の組成物に好適に用いられるが、その場合、成型物の吸放湿性を十分なものとするためには、用いる組成物として、吸湿パラメータ(ΔMR1)および放湿パラメータ(ΔMR2)の値の双方が2.0%以上であることが望ましい。より好ましくは双方が4.0%以上である。

【0027】本発明の吸放湿性ポリエステル組成物を用いた繊維としては、繊維全体の20~100重量%が本発明の吸放湿性ポリエステル組成物よりなることが必要である。20重量%よりも少ない場合には吸放湿性を向上させる効果はほとんど見られない。十分な吸放湿性という観点からは、繊維を構成する組成物の50~100重量%が本発明の吸放湿性ポリエステル組成物よりなることがよい。

【0028】また、繊維のデニールは0.8~10dであり、本発明の多孔質無機微粒子を含有する組成物を繊維に成形する場合、0.8dより細い繊維では糸切れ、単巻き等の原因となるため好ましくない。10dよりも太い繊維は吸放湿特性が必要とされる衣料用途には適さない。より好ましい単糸デニールの範囲は1.0~5dである。また、繊維内部構造として水蒸気の透過性を良好なものとするために、繊維の非晶部の重量分率は50%以上であることがよい。

【0029】繊維の吸放湿性は暑熱時の衣服の快適性を決定する重要な尺度である。衣料としたときに快適性を与えるためには吸湿パラメータ(ΔMR1)および放湿パラメータ(ΔMR2)の双方が2.0%以上であることがよい。さらには、双方が4.0%以上であることが快適性の観点からより好ましい。

【0030】本発明のポリエステル組成物は、80モル%以上がアルキレンテレフタレート繰り返し単位からなる

$$\text{吸湿パラメータ}(\Delta MR1) = (W30 - W20) / Wd \quad (\%) \quad \text{—式1—}$$

(2)放湿パラメータ(ΔMR2)

ポリエステルに対し、一次粒子の平均粒径が0.5~8μmであり、細孔容積が0.60ml/g以上であって、吸湿パラメータ(ΔMR1)および放湿パラメータ(ΔMR2)の値の双方が10%以上である多孔質無機微粒子を、ポリエステルのエステル化反応時、重縮合反応時、重縮合反応後溶融成形前のいずれかの段階において、5~20重量%混合せしめ、該組成物を270℃~300℃の温度で溶融させ、所望の形状に成形することを特徴とする吸放湿性ポリエステル組成物の製造方法によって得ることができる。

【0031】また、前述のように吸放湿特性の優れた組成物とするため、多孔質無機微粒子と、多孔質無機微粒子の重量に対し0.1~100重量%の熱水可溶ポリマーとを、熱水可溶ポリマーが溶解可能な有機溶媒もしくは水中で攪拌混合した後、有機溶媒もしくは水を留出除去せしめて微粒子表面の前処理を行い、この前処理後の無機微粒子をポリエステルのエステル化反応時、重縮合反応時、重縮合反応後溶融成形前のいずれかの段階で混合せしめ、該組成物を270℃~300℃の温度で溶融させ、所望の形状に成形することを特徴とする吸放湿性ポリエステル組成物の製造方法を採用することができる。

【0032】また、前述のように吸放湿特性の優れた組成物とするため、多孔質無機微粒子と、多孔質無機微粒子の重量に対し0.1~100重量%の吸湿パラメータ(ΔMR1)および放湿パラメータ(ΔMR2)の双方が20.0%以上である吸湿性ポリマーとを、溶融混練するか、もしくは吸湿性ポリマーが溶解可能な有機溶媒もしくは水中で攪拌混合した後、有機溶媒もしくは水を留出除去せしめることによって微粒子表面の前処理を行い、この前処理後の無機微粒子をポリエステルのエステル化反応時、重縮合反応時、重縮合反応後溶融成形前のいずれかの段階で混合せしめ、該組成物を270℃~300℃の温度で溶融させ、所望の形状に成形することを特徴とする吸放湿性ポリエステル組成物の製造方法を採用することができる。

【0033】

【実施例】A.ポリエステルの固有粘度(IV)

25℃のオルソクロロフェノール溶液を用いて常法により測定した。

B. チップおよび布帛の吸湿パラメータΔMR1および放湿パラメータΔMR2の測定

(1)吸湿パラメータ(ΔMR1)

測定用試料を1g用意し、その絶乾時の重量(Wd)を測定した。この試料を20℃×65%R.H.の状態に調湿された恒温恒湿機(ナガノ科学機械製 LH-20-11M)中に24時間放置し、平衡状態となった試料の重量(W20)を測定。その後、恒温恒湿機の設定を30℃×90%R.H.に変更し、さらに24時間放置後の重量(W30)から、下記式1により求めた。

測定用試料を1g用意し、その絶乾時の重量(Wd)を測定し

た。この試料を30℃×90%R.H.の状態に調湿された恒温恒湿機（ナガノ科学機械製 LH-20-11M）中に24時間放置し、平衡状態となった試料の重量（W30）を測定、その

$$\text{放湿パラメータ}(\Delta MR2) = -(W20 - W30) / Wd \quad (\%) \quad \text{—式2—}$$

#### 実施例1

平均粒径が1.9 $\mu\text{m}$ で、細孔容積が0.8ml/gであり、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）が42%、放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）が38%であるシリカ粒子（日本シリシア化学（株）製サイリシア530）を20重量%の水スラリーとして分散させた。固有粘度（IV）が0.54dl/gで、テレフタル酸成分に代えて4モル%のナトリウムスルホイソフタル酸を共重合したポリエチレンテレフタレート樹脂チップを、ペント式二軸押出機を使用して熔融状態とし、分散させたシリカスラリーをシリカ粒子がポリエステル樹脂に対して3.0重量%となるように添加した。ペント口を10 Torrの真空度に保持し、樹脂温度を280℃で溶融押出してチップ化した。

【0034】このチップを単頭プレッシャーメルター型紡糸機で290℃で溶融し、0.3mm(D)・0.5mm(L)、24ホール（口金）より紡出して1350mm/minで引き取り未延伸糸とした。この未延伸糸を、延伸温度90℃、熱セット温度130℃、延伸速度800mm/minで3.0倍延伸して、95D・24fの延伸糸を得た。

【0035】この延伸糸を筒編みにし、編み地の吸放湿特性を測定したところ、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）が4.3%、放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）が4.0%であり、良好な吸放湿特性を示すことが分かった。

#### 実施例2

シリカ粒子として、平均粒径が2.5 $\mu\text{m}$ 、細孔容積が1.25dl/g、 $\Delta MR1=15\%$ 、 $\Delta MR2=12\%$ であるシリカ微粒子（日本シリシア化学（株）製サイリシア430）の20重量%水スラリーを用い、ポリマー中でシリカ粒子が15重量%となるようにこれを添加する以外は実施例1と同様にポリエステル組成物を得、95D・24fの延伸糸に成形した。この延伸糸を用いた筒編み地の吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）は3.2%、放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）は2.8%であり、良好な吸放湿特性を有していることが分かった。

#### 比較例1

シリカ粒子として、平均粒径が3.0 $\mu\text{m}$ 、細孔容積が0.44ml/gであり、 $\Delta MR1=4.5\%$ 、 $\Delta MR2=1.8\%$ であるシリカ微粒子（富士シリシア化学（株）製サイリシア730）を用いること以外は実施例1と同様にポリエステル組成物を得た。この組成物を実施例1と同様に繊維化し筒編みにして、編み地の吸放湿特性を測定したところ、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）が1.0%、放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）が0.8%と吸放湿性が不十分であった。

#### 比較例2

シリカ微粒子として、平均粒径が12.0 $\mu\text{m}$ 、細孔容積が1.25ml/gであり、 $\Delta MR1=25\%$ 、 $\Delta MR2=21\%$ であるシリカ微粒子（富士シリシア化学（株）製サイリシア470）を

後、恒温恒湿機の設定を20℃×65%R.H.に変更し、さらに24時間放置後の重量（W20）から、下記式2により求めた。

用いること以外は実施例1と同様にポリエステル組成物のチップを得た。このチップを用いて実施例1と同様に繊維化を試みたが、口金の背面圧が急激に上昇し繊維化が不能であった。

#### 比較例3

シリカ微粒子として、平均粒径が0.012 $\mu\text{m}$ 、細孔容積が0.01ml/gであり、 $\Delta MR1=15\%$ 、 $\Delta MR2=0.5\%$ であるシリカ微粒子（日本アエロジル（株）製アエロジル200）を用いる他は実施例1と同様にポリエステル組成物を得た。この組成物を実施例1と同様に繊維化し筒編みにして、編み地の吸放湿特性を測定したところ、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）が0.5%、放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）が0.1%と吸放湿性が不十分であった。

#### 比較例4

シリカ微粒子の添加量をポリエステル中で25%となるように調整する以外は実施例1と同様にポリエステル組成物のチップを得たが、エクストルーダー回転トルクが非常に高くなり、成形性は不良であった。また、実施例1と同様に繊維化を試みたが、単糸糸切れが多発し繊維化が不能であった。

#### 実施例3

熱水可溶ポリマーであるポリエチレングリコール（三洋化成（株）製PEG1000）10重量部を100重量部のメタノールに溶解させた溶液中に、平均粒径が1.9 $\mu\text{m}$ で、細孔容積が0.8ml/gであり、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）が42%、放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）が38%であるシリカ微粒子（日本シリシア化学（株）製サイリシア530）を10重量部加え、均一に分散させた。このメタノール混合液をロータリーエバポレーターを用いて、減圧下、80℃にて蒸発乾燥させ、粒子表面にポリエチレングリコールが存在する表面処理シリカ微粒子を得た。

【0036】この表面処理シリカ微粒子を、重合試験管内で溶融させた、テレフタル酸成分に代えて4mol%ナトリウムスルホイソフタル酸を用いた共重合ポリエチレンテレフタレートのポリマーメルト中にシリカ微粒子の含量が5重量%となるように添加し、高真空下、所定の攪拌トルクとなるまで攪拌を続け、水中に吐出したガットを切断し、チップ化した。このチップのIVは0.65であった。

【0037】得られたチップは実施例1記載の方法で95D・24fの延伸糸とし、さらに筒編みを行って編み地の吸放湿性を測定したところ、吸湿パラメータ（ $\Delta MR1$ ）が4.8%、放湿パラメータ（ $\Delta MR2$ ）が4.5%と良好な吸放湿特性を有していることが分かった。

#### 実施例4

平均粒径が1.9 $\mu\text{m}$ で、細孔容積が0.8ml/gであり、吸湿

パラメータ ( $\Delta MR1$ ) が42%、放湿パラメータ ( $\Delta MR2$ ) が38%であるシリカ微粒子 (日本シリシア化学 (株) 製サイリシア530) を、シリカ微粒子に対して100重量%の、吸湿性ポリマーであるポリエチレンオキサイドーウレタン共重合ポリマー (住友精化 (株) 製アクアコーク) 中に150°Cに加熱されたパンパリミキサーを用いて均一に混合させた。このポリマーの吸湿パラメータ ( $\Delta MR1$ ) は32%、放湿パラメータ ( $\Delta MR2$ ) は30%であった。

【0038】この混合物を重合試験管内で溶融させた。テレフタル酸成分に代えて4mol%ナトリウムスルホイソフタル酸を用いた共重合ポリエチレンテレフタレート

ポリマーメルト中にシリカ微粒子の含量が5重量%となるように添加し、高真空下、所定の撹拌トルクとなるまで撹拌を続け、水中に吐出したガットを切断し、チップ化した。このチップのIVは0.45であった。

【0039】得られたチップは実施例1記載の方法で96D-24fの延伸糸とし、さらに筒編みを行って編み地の吸放湿性を測定したところ、吸湿パラメータ ( $\Delta MR1$ ) が4.3%、放湿パラメータ ( $\Delta MR2$ ) が4.3%と良好な吸放湿特性を有していることが分かった。

【0040】

【表1】



	シリカ微粒子					添加ポリマー		縮み地の特性		備 考
	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	細孔容積 ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	$\Delta\text{MR1}$ (%)	$\Delta\text{MR2}$ (%)	添加量 (重量%)	種類	添加量* (重量%)	$\Delta\text{MR1}$ (%)	$\Delta\text{MR2}$ (%)	
【実施例1】	1.9	0.80	42	38	8	—	0	4.3	4.0	
【実施例2】	2.5	1.25	15	12	15	—	0	3.2	2.8	
【実施例3】	5.2	1.25	24	20	8	—	0	2.4	2.2	
【比較例1】	3.0	0.44	4.5	4.1	8	—	0	1.0	0.7	吸放湿性不足
【比較例2】	12.0	1.25	25	21	8	—	0	—	—	親水性極めて不良
【比較例3】	0.012	0	15	0.5	8	—	0	0.5	0.1	吸放湿性不足
【比較例4】	1.9	0.80	42	38	25	—	0	—	—	親水性極めて不良
【実施例4】	1.9	0.80	42	38	5	熱水可溶	100	4.8	4.5	
【実施例5】	1.9	0.80	42	38	5	吸湿性	50	4.3	4.3	

\*シリカ微粒子に対する重量%

【0041】

【発明の効果】本発明の吸放湿性を有するポリエステル組成物は、ポリエステルの優れた特性を維持しながら高

い吸放湿特性を有するため、着脱容易性が要求される繊維用途や、耐湿性が要求される樹脂用途などに好適に用いることができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J002 BJ002 CF051 CF061 CF071  
CF091 CF092 CF101 CF102  
GH022 GL092 DJ016 FA096  
FB296 GK01  
4L035 BB31 BB89 BB91 CC02 DD13  
EE05 EE13 FF10 HH10 JJ05  
KK01